

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

551751

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
14. Oktober 2004 (14.10.2004)

PCT

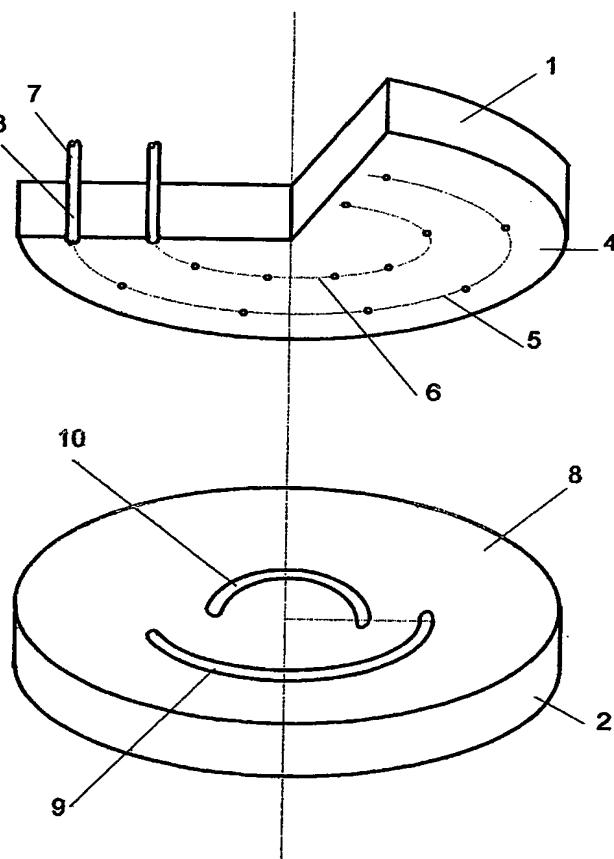
(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2004/088303 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation⁷: **G01N 30/20**, F16K 11/074
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/CH2004/000207
- (22) Internationales Anmeldedatum:
2. April 2004 (02.04.2004)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität:
594/03 3. April 2003 (03.04.2003) CH
- (71) Anmelder (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US*): CS ANALYTICS AG [CH/CH]; Obere Allmend 6, CH-6375 Beckenried (CH).
- (72) Erfinder; und
- (75) Erfinder/Anmelder (*nur für US*): CUENI, Hansjörg [CH/CH]; Rotzbergstrasse 4, CH-6362 Stansstad (CH). SCHERRER, Heiner [CH/CH]; Grabenackerstrasse 11, CH-4227 Büsserach (CH). DÖBELIN, Werner [CH/—]; Grellingerstrasse 4, CH-4153 Reinach (CH).
- (74) Anwalt: BRAUN, André; Braun & Partner, Reussstrasse 22, CH-4054 Basel (CH).
- (81) Bestimmungsstaaten (*soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart*): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: ROTATING VALVE

(54) Bezeichnung: ROTATIONSVENTIL



(57) Abstract: The rotating valve for high performance liquid chromatography (HPLC) has a stator with connections for the solvent reservoirs, pumps, chromatography columns, etc., and a disc-shaped rotor with connecting grooves on the front face for selectively connecting different connections to one another. Said grooves are evenly distributed on two concentric circles. The connecting grooves on the front face of the rotor are configured in the form of circular segments and are arranged in such a way that five connections are simultaneously connected to one another in defined positions of the rotor in each circle.

(57) Zusammenfassung: Das Rotationsventil für die Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) hat einen Stator mit Anschlüssen für Lösungsmittelreservoirs, Pumpen, Chromatographiesäulen etc. und einen scheibenförmigen Rotor mit stirnseitigen Verbindungsnoten zur wahlweisen Verbindung verschiedener Anschlüsse untereinander. Die sind gleichmäßig auf zwei konzentrische Kreise verteilt. Die Verbindungsnoten in der Rotorstirnfläche sind kreissegmentförmig ausgebildet und so angeordnet, dass in definierten Rotorpositionen auf jedem Kreis fünf Anschlüsse gleichzeitig miteinander verbunden sind.



PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

- (84) **Bestimmungsstaaten** (*soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart*): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT,

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

- 1 -

Rotationsventil

Die Erfindung betrifft ein Rotationsventil für die Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) mit einem Stator mit Anschlüssen für Lösungsmittelreservoir, Pumpen, Chromatographiesäulen etc. und von den Anschlüssen zu Mündungen in einer Kontaktfläche führenden Bohrungen, sowie einen scheibenförmigen Rotor mit stirnseitigen Verbindungsnoten 10 zur wahlweisen Verbindung verschiedener Mündungen untereinander.

Bei Ventilen für die Hochleistungs-Flüssigchromatographie werden, wie auch bei HPLC-Pumpen, seit langem grosse Anstrengungen unternommen, durch Verringerung von Umschaltfehlern möglichst konstante Förderdrücke und Flussraten zu erreichen. Je kleiner die Flussraten werden, desto störender wirken sich die Einflüsse von Toträumen aus, die aber bei Ventilen nicht vollständig eliminiert werden können. 20 Ebenso sind starke Druckpulsationen unerwünscht, die aber bei immer höheren Arbeitsdrücken infolge der Kompressibilität zunehmen. Beide Störungen wirken sich in Peakverbreiterungen und anderen die Messgenauigkeit und die Auflösung beeinträchtigenden Fehlern aus. Derzeit geforderte Flussraten liegen im Bereich von 10 nl bis 200 µl und gewünschte Drücke erreichen bereits bis zu 800 bar. Diese Anforderungen sind mit herkömmlichen Ventilen nicht mehr oder nur noch mit hohem Aufwand zufriedenstellend zu erreichen. 25 30 Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Ventil bereitzustellen, mit dem diese negativen Auswirkungen mit vernünftigem Aufwand verringert werden können.

- 2 -

- Erfindungsgemäss wird dies mit einem Ventil der eingangs genannten Art dadurch erreicht, dass die Mündungen in der Kontaktfläche gleichmässig auf zwei konzentrische Kreise
5 verteilt und die Verbindungsnoten in der Rotorstirnfläche kreissegmentförmig ausgebildet und so angeordnet sind, dass in definierten Rotorpositionen auf jedem Kreis fünf Mündungen gleichzeitig miteinander verbunden sind.
- 10 Im folgenden werden anhand der beiliegenden Zeichnungen bevorzugte Ausführungsbeispiele der Erfindung beschrieben.
Es zeigen

Fig. 1 eine schematische Darstellung eines Rotationsventils nach der Erfindung
15

Fig. 2 - 6 ein binäres Gradientenpumpensystem mit einem erfundungsgemässen Ventil in verschiedenen Schaltpositionen
20

Das in Fig. 1 schematisch dargestellte Rotationsventil besteht im wesentlichen aus einem scheibenförmigen Stator 1 und einem ebenfalls scheibenförmigen Rotor 2. Im Stator
25 sind insgesamt achtzehn durchgängige Bohrungen 3 so angeordnet, dass ihre Mündungen auf der dem Rotor zugewandten Kontaktfläche 4 gleichmässig auf zwei konzentrische Kreise 5, 6 verteilt sind. Auf der Rückseite sind Anschlüsse 7 für Verbindungsleitungen zu Pumpen, Lösungsmittelreservoirs,
30 Chromatographiesäulen etc. vorgesehen.

- 3 -

Der Rotor 2 besitzt auf seiner dem Stator zugewandten Stirnfläche 8 zwei kreissegmentförmige Nuten 9, 10, die sich im zusammengebauten Zustand des Ventils, wenn die Stirnfläche des Rotors gegen die Kontaktfläche des Stators 5 gepresst ist, entlang den Kreisen erstrecken, auf denen die Mündungen der Bohrungen 3 liegen. Die Länge der Nuten ist so bemessen, dass jede auf dem ihr entsprechenden Kreis fünf Bohrungsmündungen gleichzeitig miteinander verbinden kann.

10

Bei neun Bohrungsmündungen pro Kreis beträgt der Winkelabstand zwischen zwei Mündungen 40° , so dass die Nuten zur Verbindung von fünf Mündungen sich über einen Winkel von ca. 160° erstrecken müssen. Sie sind so angeordnet, dass 15 jede von ihnen ein Ende an einer gemeinsamen Winkelposition hat, von wo sich eine im Uhrzeigersinn, die andere im Gegenuhrzeigersinn erstreckt.

In der in Fig. 2 gezeigten Konfiguration ist das in schematischer Draufsicht dargestellte Ventil mit zwei Kolbenpumpen 11, 12, zwei Lösungsmittelreservoir 13, 14 und zwei Ausgängen 15, 16 zu einem Gradientensystem für die Lösungsmittelzuführung zu einer Chromatographiesäule verbunden. An dem in der Winkelposition 0° befindliche Anschluss des äusseren Kreises 5 ist eine Pumpe 11 für das im Reservoir 13 enthaltene Lösungsmittel A angeschlossen. Der entsprechende 0° -Anschluss des inneren Kreises ist mit dem anderen Reservoir 14 mit dem Lösungsmittel B verbunden. Das zweite Reservoir 13 mit dem Lösungsmittel A ist mit dem in Winkelposition 160° befindlichen Anschluss des äusseren Kreises verbunden. An den entsprechenden Anschluss des inneren Kreises ist die zweite Pumpe 12 für das Lösungsmittel B an-

- 4 -

geschlossen. Schliesslich führt vom äusseren Kreis der Anschluss bei 280° , vom inneren Kreis der Anschluss bei 240° zum Ausgang in Richtung der Säule. Diese beiden Ausgänge werden wie üblich in einem Mixer (nicht gezeigt) zusammengeführt.

In der gezeigten Position des Rotors ist durch die äussere Nut 9 der Anschluss der Pumpe 11 für das Lösungsmittel A mit dem Anschluss für das entsprechende Reservoir 13 verbunden. Die Pumpe 11 kann also in dieser Position das Lösungsmittel A ansaugen. Gleichzeitig ist durch die innere Nut 10 der Anschluss für die andere Pumpe 12 für das Lösungsmittel B mit dem Anschluss für den entsprechenden Ausgang 16 verbunden. Diese Pumpe kann also in dieser Rotorposition das in ihr enthaltene Lösungsmittel B in Richtung Ausgang bzw. Säule fördern.

Zwischen den Pumpen und den jeweiligen Ventilanschlüssen sind hochempfindliche Drucksensoren 17 angeordnet, deren Signale für die Pumpen- und Ventilsteuerung verwendet werden.

Fig. 3 zeigt dieselbe Anordnung, in welcher der Rotor nach dem Ende des Ansaugvorganges der Pumpe 11 um eine Winkelposition im Gegenuhrzeigersinn gedreht ist. In die äussere Nut 9 mündet nun ausser dem Pumpenanschluss kein anderer Anschluss, so dass die Pumpe 11 das vorher angesaugte Lösungsmittel A komprimieren kann, bis der erforderliche bzw. erwünschte Förderdruck erreicht ist. Für das Lösungsmittel B hat sich durch die Umschaltung nichts geändert. Die andere Pumpe 12 ist über die Nut 10 nach wie vor mit dem Ausgang 16 verbunden und fördert gleichmässig weiter.

- Wenn das Lösungsmittel A den gewünschten Druck erreicht hat und die Förderung beider Lösungsmittel beginnen soll wird der Rotor um einen weitere Winkelschritt im Gegenuhrzeiger-
5 sinn in die in Fig. 4 gezeigte Position gedreht. In dieser Position sind beide Pumpen mit den beiden Ausgängen verbunden. Das Mischungsverhältnis der beiden Lösungsmittel wird über den Vortrieb der beiden Pumpen gesteuert.
- 10 Wenn die Förderung des Lösungsmittels B durch die Pumpe 12 beendet ist und nur noch Lösungsmittel A gefördert wird, wird der Rotor um zwei Winkelschritte im Gegenuhrzeigersinn in die in Fig. 5 gezeigte Position gedreht. In dieser Position ist die Pumpe 11 über die äussere Nut 9 unverändert
15 mit dem Ausgang 15 verbunden, während die innere Nut 10 die Pumpe 12 mit dem Reservoir 14 des Lösungsmittels B verbindet. Die Pumpe 12 kann sich jetzt wieder mit Lösungsmittel B füllen.
- 20 Durch Rotordrehungen zurück, d.h. im Uhrzeigersinn erfolgen die entsprechenden Schritte in umgekehrter Reihenfolge. Nach Beendigung des Füllvorganges wird der Rotor um einen Winkelschritt im Uhrzeigersinn gedreht. In dieser in Fig. 6 gezeigten Position verbindet die innere Nut keine Anschlüsse,
25 so dass die Pumpe 12 das Lösungsmittel auf den gewünschten Förderdruck vorkomprimieren kann. Für Pumpe 11 hat sich immer noch nichts geändert, d.h. sie kann weiterhin gleichmässig fördern. Es erfolgen weitere Rotordrehungen im Uhrzeigersinn, bis wieder die Situation gemäss Fig.
30 2 erreicht ist.

- 6 -

Patentanspruch

Rotationsventil für die Hochleistungs-
Flüssigchromatographie (HPLC) mit einem Stator mit An-
5 schlüssen für Lösungsmittelreservoir, Pumpen, Chroma-
tographiesäulen etc. und von den Anschlüssen zu Mündungen
in einer Kontaktfläche führenden Bohrungen, sowie einen
scheibenförmigen Rotor mit stirnseitigen Verbindungsnoten
zur wahlweisen Verbindung verschiedener Anschlüsse unter-
10 einander, dadurch gekennzeichnet, dass die Mündungen in der
Kontaktfläche gleichmässig auf zwei konzentrische Kreise
verteilt und die Verbindungsnoten in der Rotorstirnfläche
kreissegmentförmig ausgebildet und so angeordnet sind, dass
in definierten Rotorpositionen auf jedem Kreis fünf An-
15 schlüsse gleichzeitig miteinander verbunden sind.

1 / 2

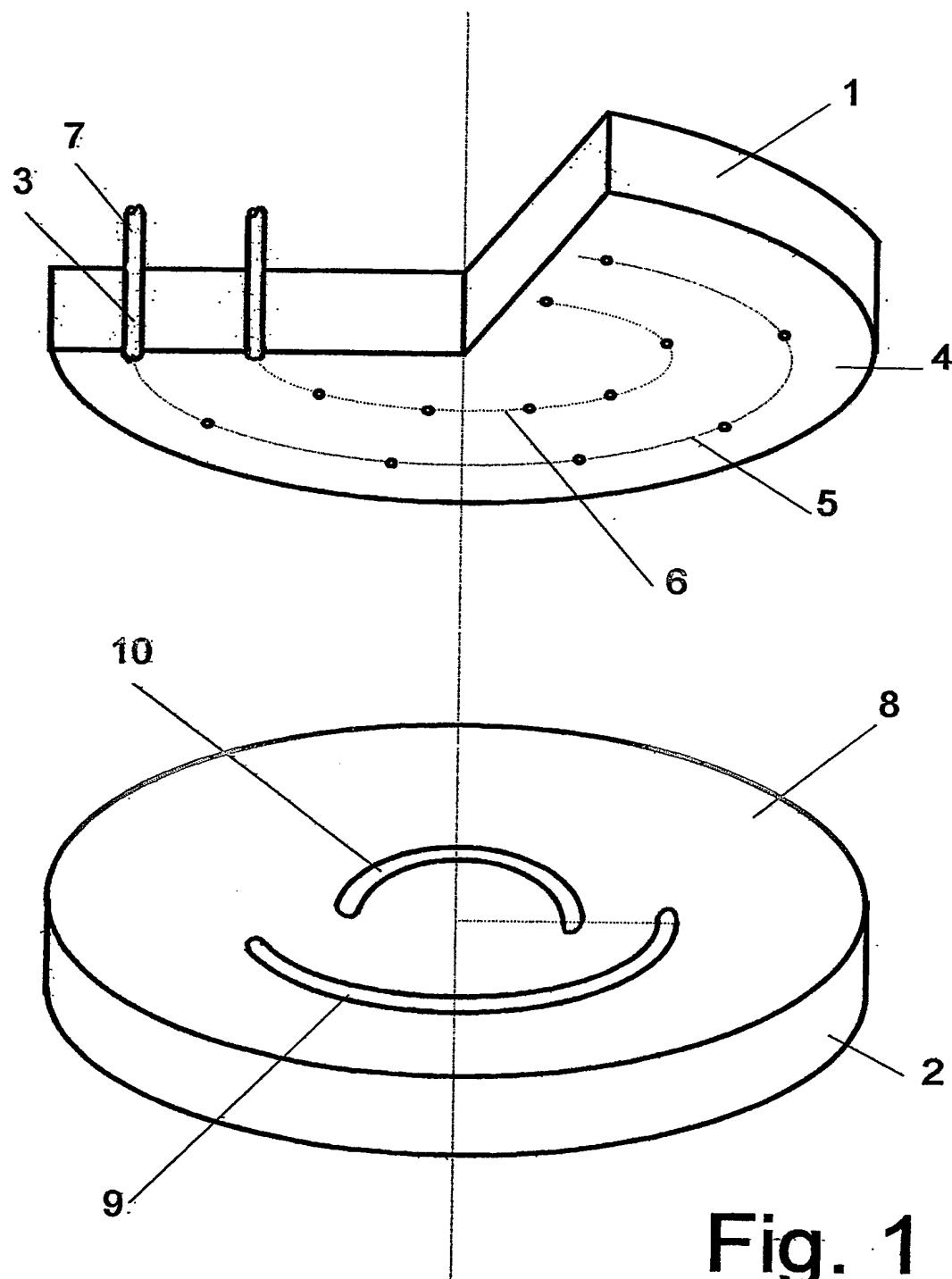


Fig. 1

2/2

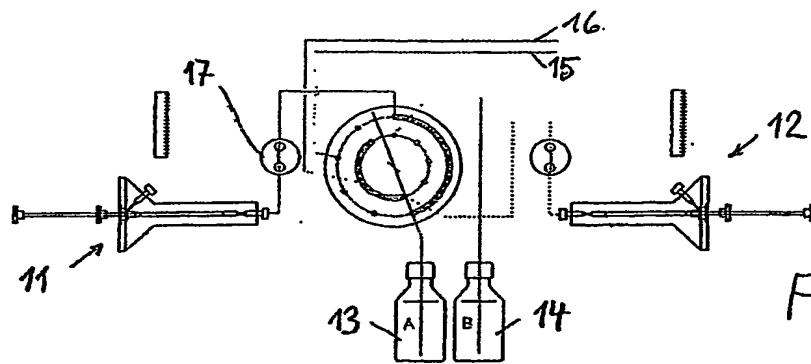


Fig. 2

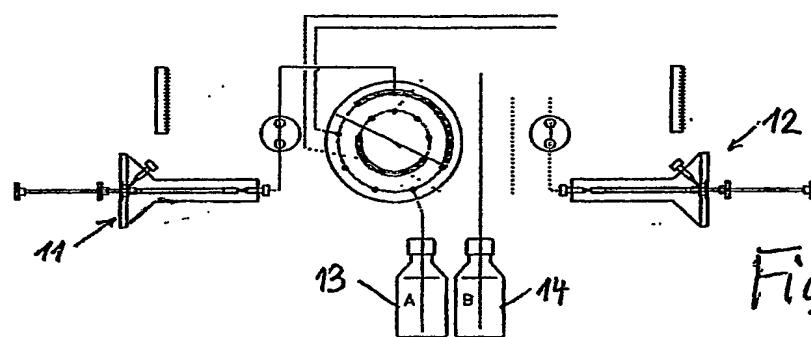


Fig. 3

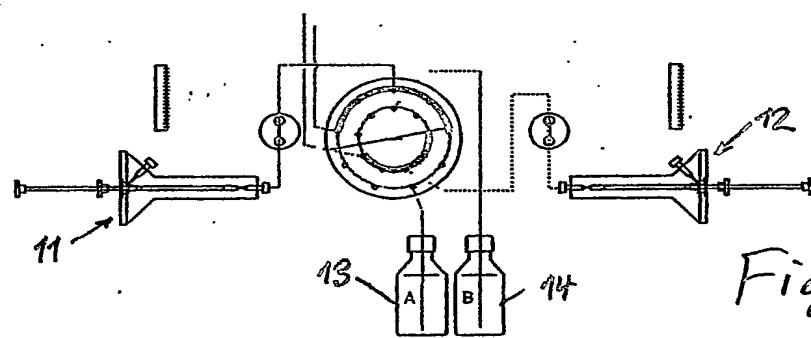


Fig. 4

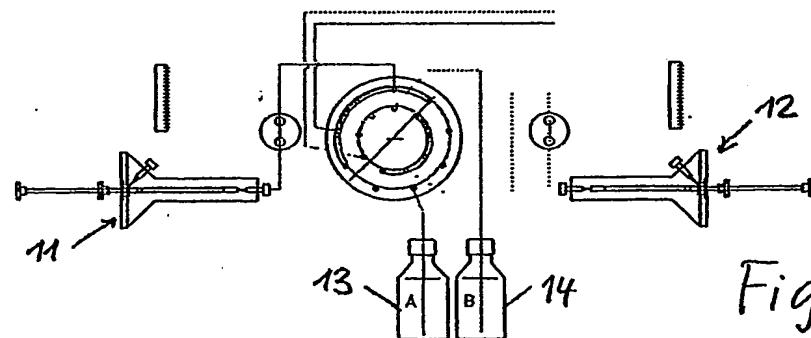


Fig. 6

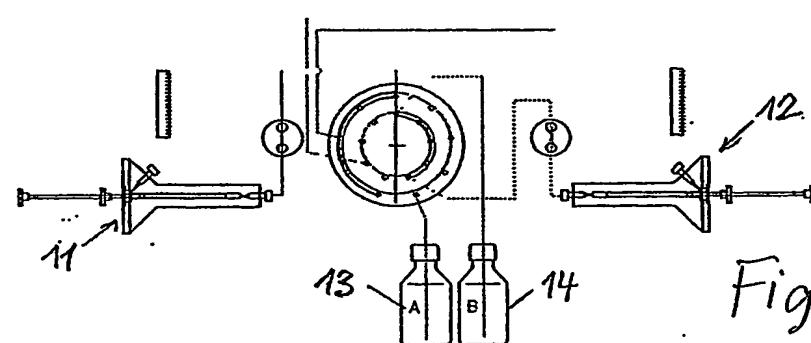


Fig. 5

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/CH2004/000207

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 G01N30/20 F16K11/074

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 G01N F16K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 02/12878 A (DOEBELIN WERNER) 14 February 2002 (2002-02-14) the whole document claim 1 ----	1
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 011, no. 252 (P-605), 15 August 1987 (1987-08-15) -& JP 62 056858 A (TOYO SODA MFG CO LTD), 12 March 1987 (1987-03-12) abstract ----	1
X	US 4 625 569 A (BABA NOBUYUKI ET AL) 2 December 1986 (1986-12-02) abstract; figures 1A-37C ----	1 -/-

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the International filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *&* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the International search

28 May 2004

Date of mailing of the International search report

24/06/2004

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Awad, P

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/CH2004/000207

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 3 477 207 A (AUGER FRANK PAWLEY) 11 November 1969 (1969-11-11) figures 1-7 -----	1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

 International Application No
 PCT/CH2004/000207

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)		Publication date
WO 0212878	A	14-02-2002	AU WO	7400200 A 0212878 A1		18-02-2002 14-02-2002
JP 62056858	A	12-03-1987	NONE			
US 4625569	A	02-12-1986	JP JP JP JP JP JP	1696747 C 3060067 B 60149973 A 1749517 C 4035019 B 61134668 A		28-09-1992 12-09-1991 07-08-1985 08-04-1993 09-06-1992 21-06-1986
US 3477207	A	11-11-1969	DE FR GB NL	1648826 A1 1582757 A 1189995 A 6710989 A		23-03-1972 10-10-1969 29-04-1970 12-02-1968

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/CH2004/000207

A. KLASSEFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 GO1N30/20 F16K11/074

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 GO1N F16K

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	WO 02/12878 A (DOEBELIN WERNER) 14. Februar 2002 (2002-02-14) das ganze Dokument Anspruch 1 ---	1
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 011, no. 252 (P-605), 15. August 1987 (1987-08-15) -& JP 62 056858 A (TOYO SODA MFG CO LTD), 12. März 1987 (1987-03-12) Zusammenfassung ---	1
X	US 4 625 569 A (BABA NOBUYUKI ET AL) 2. Dezember 1986 (1986-12-02) Zusammenfassung; Abbildungen 1A-37C ---	1 -/-

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

*'A' Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

*'E' älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

*'L' Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie 'ausgeführt')

*'O' Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung,

eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

*'P' Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

*'T' Spätere Veröffentlichung, die nach dem Internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

*'X' Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

*'Y' Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

*'&' Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der Internationalen Recherche

Absendedatum des Internationalen Recherchenberichts

28. Mai 2004

24/06/2004

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Awad, P

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/CH2004/000207

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 3 477 207 A (AUGER FRANK PAWLEY) 11. November 1969 (1969-11-11) Abbildungen 1-7 -----	1

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen PCT/CH2004/000207

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
WO 0212878	A 14-02-2002	AU WO	7400200 A 0212878 A1	18-02-2002 14-02-2002
JP 62056858	A 12-03-1987	KEINE		
US 4625569	A 02-12-1986	JP JP JP JP JP JP	1696747 C 3060067 B 60149973 A 1749517 C 4035019 B 61134668 A	28-09-1992 12-09-1991 07-08-1985 08-04-1993 09-06-1992 21-06-1986
US 3477207	A 11-11-1969	DE FR GB NL	1648826 A1 1582757 A 1189995 A 6710989 A	23-03-1972 10-10-1969 29-04-1970 12-02-1968